



云南省高等学校“十二五”规划教材

# 化学设计 创新实验

李 明 ◎ 主编



云南省高等学校“十二五”规划教材

# 化学设计创新实验

李 明 主编

 云南大学出版社

**图书在版编目 (CIP) 数据**

化学设计创新实验 / 李明主编. —昆明 : 云南大学出版社, 2014

云南省普通高等学校十二五规划教材

ISBN 978 - 7 - 5482 - 1923 - 1

I. ①化… II. ①李… III. ①化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. ①O6 - 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 028002 号

云南省普通高等学校十二五规划教材

**化学设计创新实验**

李 明 主编

---

**责任编辑:** 赵红梅

**封面设计:** 周 晘

**出版发行:** 云南大学出版社

**印 装:** 昆明研汇印刷有限责任公司

**开 本:** 787mm × 1092mm 1/16

**印 张:** 12.75

**字 数:** 300 千

**版 次:** 2014 年 2 月第 1 版

**印 次:** 2014 年 2 月第 1 次印刷

**书 号:** ISBN 978 - 7 - 5482 - 1923 - 1

**定 价:** 38.00 元

---

**地 址:** 昆明市翠湖北路 2 号云南大学英华园内

**发行电话:** 0871 - 65031071 65033244

**邮 编:** 650091

**E - mail:** market@ynup.com

## 前　　言

化学实验教学的目的不只是培养学生的基本实验技能和动手能力，更重要的是通过实验教学提高学生综合素质，培养学生独立思维能力和研究能力，树立科学创新意识。因此，化学实验在注重基本技术、技能训练的同时，增加设计创新实验的比重，让学生获得更多的实验技能，培养学生科学思维和创新能力。

化学设计创新实验，是指学生根据实验课题要求，通过查阅相关文献，自行设计实验方法和步骤，并独立完成的一种具有一定创新性的实验。化学设计创新实验可以培养学生查阅文献资料获得信息的能力、解决实际问题的能力、独立进行科学研究的能力和创新能力。

为了体现化学设计创新实验的先进性、综合性、探索性、创新性，我们将化学学科前沿领域和现代实验技术发展的一些最新研究成果、能够培养学生应用化学解决问题能力的实验内容、学科教师的科研项目成果以及大四学生科研训练的内容融入教材，以期实现从“面向方法实验”到“面向解决问题实验”，“基本技能训练”到“科学研究训练”的转变。

本教材具有如下特点：

- ① 本教材很多实验系由教师科研成果转化而成，能反映学科发展前沿并与实际应用结合，以科研带动教学，创新性强；
- ② 本教材覆盖了化学、应用化学、生物、农学和环境等学科，综合性强；
- ③ 教材中每一个实验项目均经过精心设计，既包含了基础的训练，又蕴含了学生自主设计的研究性内容，设计性强；
- ④ 本教材按照科学研究的过程进行编写，强调教师指导下的学生自主创新实践，使学生在文献的获取与利用、实验方案设计与实施、数据处理与分析、撰写论文和学术交流等科学研究全过程受到综合训练，能够提高学生创创新能力和发展意识，激发学生对科研的浓厚兴趣。

全书由主编负责整体设计，书稿经主编认真审阅和修改，最后由主编定稿。参加本书编写的教师都是一直从事化学实验教学和科研工作的一线教师，教学经验丰富，他们分别是李银科(实验 5、19、22、23、24、25、26、28、54、55、56、57、58、59)，伍贤学(实验 17、18、21、30、38、39、40、41、42、43、44、62)，李涛(实验 1、2、3、8、10、11、15、16、27、29、60、61)，史云东(实验 6、9、13、14、35、45、46、47、49、50、51)，艾华林(实验 12、33、34、65)，谢建新(实验 63、64、69、70)，黄齐林(实验 32、48、52、53)，谢兢(实验 7、36、37)，杨艳(实验 67、68)，林洪(实验 71、72)，柴跃东(实验 4)，叶长兵(实验 66)，白红梅(实验 20)，崔云春(实验 31)。

在教材编写过程中，参考了部分相关教材和研究成果，在此表示衷心的感谢。由于编者水平有限，书中疏漏和不妥之处在所难免，恳请同行专家和读者批评指正。

编 者

2013 年 11 月

# 目 录

实验 1 火焰原子吸收光谱法测定植物样品中的微量元素 .....	(1)
实验 2 氢化物发生 - 原子荧光光谱法测定植物样品中的硒 .....	(4)
实验 3 流动注射 - 冷原子吸收法测定植物样品中的痕量汞 .....	(7)
实验 4 火焰原子吸收光谱法 (FAAS) 定量测定植物样品中的重金属含量 .....	(10)
实验 5 火焰原子吸收法测定中草药中痕量重金属 .....	(14)
实验 6 水果果肉金属营养元素含量的测定 .....	(17)
实验 7 植物中无机元素的定性分析 .....	(19)
实验 8 UAE - IC 法测定中药材中的阴离子 .....	(21)
实验 9 云南红梨果皮花色苷相对含量的测定 .....	(24)
实验 10 微波萃取侧柏叶片中的黄酮类成分 .....	(26)
实验 11 紫外分光光度法测定蔬菜中还原型维生素 C 含量 .....	(28)
实验 12 从紫红色甘蔗皮中提取红色素 .....	(31)
实验 13 果蔬中的维生素 C 在热加工中的变化 .....	(33)
实验 14 从番茄中提取番茄红素和 $\beta$ - 胡萝卜素 .....	(36)
实验 15 傅立叶变换 - 红外光谱法协助人参属植物鉴定 .....	(39)
实验 16 硫酸香草醛显色 - 紫外吸收光谱法在三七指纹图谱中的应用 .....	(41)
实验 17 茶多酚的提取及其含量测定 .....	(44)
实验 18 茶叶中咖啡因的提取、鉴定和含量分析 .....	(48)
实验 19 高效液相色谱法测定茶叶中的茶多酚 .....	(50)
实验 20 茶叶中氟含量的测定 (氟离子选择性电极) .....	(52)
实验 21 几种不同发酵程度茶叶的红外光谱分析鉴别 .....	(55)
实验 22 匀浆法提取 - 高效液相色谱法测定烟草样品中的多酚 .....	(57)
实验 23 高效液相色谱法测定烟草中的有机酸 .....	(59)
实验 24 离子色谱法测定烟草中的糖 .....	(61)
实验 25 离子色谱法测定卷烟纸中的钠、钾、钙、镁 .....	(63)
实验 26 微柱高效液相色谱法测定烟叶中的色素 .....	(65)
实验 27 电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中的金属元素 .....	(67)
实验 28 高效液相色谱法测定食品中的重金属元素 .....	(70)
实验 29 催化动力学光度法检测食品样品中的添加剂 .....	(72)
实验 30 几种市售植物油品质的衰减全反射红外光谱分析 .....	(75)
实验 31 食用植物油品质的检验 .....	(78)
实验 32 腊肉中亚硝酸盐的测定 .....	(82)
实验 33 葡萄酒中二氧化硫残留量的测定方法 .....	(85)
实验 34 加碘食盐中 $KIO_3$ 含量的测定 .....	(89)

实验 35	从牛奶中分离酪蛋白和乳糖	(92)
实验 36	硫酸亚铁铵的制备	(94)
实验 37	硫代硫酸钠的制备及性质检验	(97)
实验 38	苯甲酸的制备及表征	(99)
实验 39	阿司匹林的合成及表征	(102)
实验 40	正丁醚的制备及表征	(104)
实验 41	甘氨酸铜螯合物的制备及表征	(107)
实验 42	增塑剂邻苯二甲酸二丁酯的合成	(109)
实验 43	苯甲醛乙二醇缩醛的合成	(112)
实验 44	香料乙酸苄酯的合成	(114)
实验 45	绿色果蔬叶绿素的提取及其含量测定	(116)
实验 46	果胶的提取和果酱的制备	(119)
实验 47	淀粉糊化及酶法制备淀粉糖浆及其葡萄糖值的测定	(121)
实验 48	大鼠血清和腹腔巨噬细胞内葡萄糖含量的测定	(124)
实验 49	卵磷脂的提取、鉴定和应用	(127)
实验 50	大蒜细胞 SOD 的提取与分离	(129)
实验 51	影响酶活性的因素	(132)
实验 52	大鼠血清和腹腔巨噬细胞内胆固醇含量的测定	(135)
实验 53	芦丁对胆固醇氧化酶活性影响研究	(138)
实验 54	植物全氮、磷、钾的联合测定	(140)
实验 55	尿素含氮量的检测与评价	(146)
实验 56	化学肥料的定性鉴定	(148)
实验 57	植物的溶液培养和缺素培养	(152)
实验 58	施肥量的估算	(156)
实验 59	配方施肥实践	(159)
实验 60	液质联用法检测农田土壤中农药残留	(162)
实验 61	微波消解 - ICP - MS 法测定水系沉积物中多种重金属元素	(165)
实验 62	气相色谱法测定苯、甲苯和乙苯的含量	(168)
实验 63	$\text{Fe}_3\text{O}_4$ /活性炭复合纳米材料吸附实验	(172)
实验 64	类过氧化物酶型纳米材料催化降解水中有毒染料污染物	(175)
实验 65	生铁中硫的测定——碘酸钾滴定法	(178)
实验 66	活性炭处理苯胺模拟废水适宜条件的探究	(181)
实验 67	环境空气中挥发性有机物的污染评价	(184)
实验 68	汽车尾气对城区道路两旁植物中铅含量的影响	(187)
实验 69	$\text{Co}_3\text{O}_4$ 类酶纳米粒子催化增强 Luminol 化学发光及水中过氧化氢的测定	(190)
实验 70	$\text{Co}_3\text{O}_4/\text{rGO}$ 复合纳米材料高效过氧化物模拟酶催化活性	(193)
实验 71	催化氢波法测定阿托品	(196)
实验 72	地塞米松电化学行为的研究	(199)

# 实验 1 火焰原子吸收光谱法测定植物样品中的微量元素

## 【实验目的】

(1) 通过查阅相关文献,了解火焰原子吸收光谱法(AAS)在微量分析检测中的应用,结合相关理论知识和样品情况,设计对植物样品中三种微量元素(Fe、Mn 和 Zn)的定量测定方法。

(2) 通过实验的具体实施和分析条件优化过程,使学生掌握运用火焰原子吸收光谱仪测定微量元素含量的方法,探究样品前处理的改进方法,学习火焰原子吸收光谱仪的使用。

(3) 通过实验,熟悉取样、样品预处理、分析方法的选择、分析结果的计算及统计处理等一般分析方法的全流程,实现学生综合能力的培养。

## 【实验原理】

铁、锌和锰是人体及植物生长必需的微量元素,其分析方法备受关注。人体缺铁可导致体内某些生物酶的活性降低,影响多种代谢过程及 DNA 合成,从而损害神经、消化、肌肉和免疫系统的功能;如果缺锌,可能会引起糖尿病、高血压、男性不育等病症;缺锰则会引起软骨症、营养不良、骨畸形、智力呆滞等病症。因此微量元素的含量分析测定成为目前研究的热点。

原子吸收光谱法,是基于气态的基态原子外层电子对紫外光和可见光范围的相对应原子共振辐射线的吸收强度,来定量被测元素含量的分析方法,是一种测量特定气态原子对光辐射的吸收的方法。它在农业、食品、环境保护等领域有广泛的应用。该法主要适用于样品中微量及痕量组分分析。

分析方法的实施通常要经历以下几个步骤:样品预处理、工作条件的设置和分析过程的实施、分析结果的计算及统计处理。在进行样品前处理时要求样品处理方法不能破坏分析物的形态,减少污染,并使分析物与基体有效分离,提高分析灵敏度。

本实验的主要内容是设计植物样品中 3 种微量元素的原子吸收光谱测定方法,通过对分析方法的实施和分析条件的优化,实现植物样品中 Fe、Mn 和 Zn 含量的测定。

## 【仪器试剂】

### 1. 仪 器

TAS-990 原子吸收分光光度计, Fe、Mn 和 Zn 共三种空心阴极灯, 分析天平, SRJX-8-13 型箱式电阻炉, CS101 型电热鼓风干燥箱, 高速自控组织捣碎机, 玻璃器皿等。

## 2. 试 剂

浓 HNO<sub>3</sub>(AR), Fe、Mn 和 Zn 标准储备液, 去离子水。

## 【实验步骤】

在研读文献的基础上, 先提出若干实验步骤, 与教师讨论后再确定相应的实验步骤。实验步骤按以下内容设计:

- (1) 植物样品的前处理(样品消化)。
- (2) 原子吸收光谱法测定方法与步骤。
  - ① 实验工作条件优化;
  - ② 标准曲线的绘制;
  - ③ 样品测定;
  - ④ 数据分析比较。

## 【注意事项】

(1) 用于实验的玻璃容器和聚四氟乙烯容器应事先洗涤干净, 然后浸入 30% ~ 50% 的硝酸中 24 小时, 用流水彻底冲洗干净, 再用高纯去离子水或二次蒸馏水漂洗干净。

(2) 当在日常分析工作中, 必须定期制备同种浓度的某种元素溶液时, 最好保持同一容器来进行同一种溶液的制备操作。

(3) 一个元素若有多条分析线, 通常采用最灵敏线, 但也要根据样品中被测元素的含量来选择, 金属元素的浓度不能太高, 以免落在标准曲线的严重弯曲部分。

## 【数据处理】

- (1) 记录实验条件和相关参数:

分析线, 光谱通带, 灯电流, 对光, 火焰的分类选择, 燃烧器高度。

- (2) 绘制标准曲线并给出线性方程。

(3) 依据测定结果得出微量元素含量。

- (4) 结果要求:

标准曲线的相关系数不得低于 0.990。

## 【分析讨论】

- (1) 样品前处理消化过程中应该注意哪些方面?

(2) 当样品中基体不明或基体浓度很高、变化大, 很难配制相类似的标准溶液时, 使用什么方法较好?

- (3) 如何消除测定过程中的化学干扰和物理干扰?

## 【思考题】

- (1) 实验配置的标准溶液可以放到第二天使用吗? 为什么?

(2) 原子吸收常用的前处理方法有哪些?

(3) 原子吸收光谱法中的非光谱干扰有哪些? 如何消除这些干扰?

(4) 燃气、助气比例及火焰高度对被测元素有何影响?

### 参考文献

- [1] 李桂丽, 苏红霞, 段敏, 马往校, 孙新涛. 西安市蔬菜中重金属污染分析评价[J]. 西北植物学报, 2008, 28(9): 1904 - 1909.
- [2] 刘鸿高, 王元忠, 李涛, 张霖, 赵艳丽. ICP-AES 法测定云南 16 种野生菌中的 11 种微量元素[J]. 光谱实验室, 2012, 29(1): 71 - 74.
- [3] 张建强, 李继详, 王元忠, 袁天军, 张霖, 李涛. AAS 法测定紫皮石斛中 5 种重金属元素的含量[J]. 光谱实验室, 2012, 29(1): 61 - 66.

# 实验 2 氢化物发生 - 原子荧光光谱法测定植物样品中的硒

## 【实验目的】

- (1) 通过查阅相关文献，了解原子荧光光谱法的原理及在元素测定中的应用，结合相关理论知识和样品情况，设计测定未知植物样品中硒元素的方法。
- (2) 通过方法的具体实施和分析条件优化过程，培养学生的实验操作技能，包括样品前处理技能和仪器操作及条件优化技能。
- (3) 通过实验熟悉样品预处理、原子荧光光谱仪使用方法，对硒元素的测定方法进行创新设计。

## 【实验原理】

硒是人体必需的微量元素之一，有预防心血管疾病，抑制癌症，拮抗某些重金属元素毒性，清除人体自由基等作用，受到广泛的关注。自然界的硒分为无机硒和有机硒。植物中的硒以有机硒为主。目前硒的测定方法有多种，但涉及仪器均较为昂贵，不利于推广和普及。因此，建立快速、简便、廉价的分析植物样品中的微量元素硒的分析方法显得尤为重要。

原子荧光光谱法是通过测量待测元素的原子蒸气在辐射能激发下产生的荧光发射强度，来确定待测元素含量的方法。它具有原子吸收和原子发射光谱两种技术的优势并克服了某些方面的缺点，具有分析灵敏度高、干扰少、线性范围宽、仪器设备相对便宜等特点，是一种优良的痕量分析技术。

分析方法的实施通常要经历以下几个步骤：样品预处理、仪器测定参数与方法的优化及样品的测定。样品前处理过程中样品溶液酸度的选择，元素干扰及掩蔽剂的选择，消解酸体系的选择，预还原条件的选择是实验成功的关键因素。

本实验的主要内容是设计利用氢化物发生 - 原子荧光光谱法测定未知植物样品中的硒元素，建立一种高效、简便、便宜的分析测试方法。

## 【仪器试剂】

### 1. 仪 器

AFS - 230E 氢化物发生 - 原子荧光分光光度计，硒灯，植物样品粉碎机，万分之一分析天平，玻璃器皿等。

### 2. 试 剂

硒标准溶液，硝酸(GR)，盐酸(GR)，高氯酸(GR)，EDTA，铁氰化钾(AR)，硼氢

化钾(AR)，氧化钠(AR)，抗坏血酸(AR)，超纯水，硫脲(AR)。

### 【实验步骤】

基于文献基础，先提出实验步骤，与教师讨论后再确定相应实验步骤。实验步骤按以下内容设计：

1. 仪器测定参数的设定
2. 样品测定条件的选择
  - ①  $\text{KBH}_4 - \text{KOH}$  溶液浓度的选择；
  - ② 样品溶液酸度的选择；
  - ③ 消解酸体系的选择；
  - ④ 预还原条件的选择；
  - ⑤ 元素干扰及掩蔽剂的选择。
3. 样品的测定
  - ① 标准曲线的建立；
  - ② 样品测定；
  - ③ 数据处理。

### 【注意事项】

(1)  $\text{KBH}_4$ 是使Se还原并生成 $\text{H}_2\text{Se}$ 的重要试剂。若浓度过低则还原不完全，从而导致分析结果偏低。反之，则会生成大量的氢气而降低测试灵敏度。

(2) 溶液酸度是获得较高灵敏度的重要因素之一。酸度过低或过高都会降低其荧光强度。

(3) 植物样品中存在大量的 $\text{Fe}^{3+}$ ， $\text{Mn}^{2+}$ ， $\text{Cu}^{2+}$ ， $\text{Zn}^{2+}$ 等金属离子，这些金属离子含量为硒的 $10^2 \sim 10^3$ 倍，其存在会干扰硒的测定，需加以考察。必要时加入合适的掩蔽剂。

### 【数据处理】

- (1) 记录实验条件和相关参数。
- (2) 绘制标准曲线。
- (3) 测定样品，计算其含量。

### 【分析讨论】

- (1) 原子荧光光谱法测定中常用掩蔽剂有哪些？
- (2) 如何确定合适的掩蔽剂？
- (3) 测定时仪器灵敏度降低，稳定性差可能由哪些原因造成？

### 【思考题】

原子荧光光谱法的原理与特点是什么？哪些元素适用于该方法？

### 参考文献

- [1] 荀体忠, 唐文华, 张文华, 刘少友, 吴林冬. 氢化物发生 - 原子荧光光谱法测定植物样品中的硒[J]. 光谱学与光谱分析, 2012, 32(5): 1410 – 1404.
- [2] 李连平, 范威, 黄志勇, 庄峙厦. 蔬菜中硒总量及形态的氢化物发生 - 原子荧光光谱测定方法[J]. 光谱学与光谱分析, 2008, 28(12): 2975 – 2977.

# 实验3 流动注射 – 冷原子吸收法测定植物样品中的痕量汞

## 【实验目的】

- (1) 通过查阅相关文献，了解流动注射 – 冷原子吸收法的原理及在元素测定中的应用，结合相关理论知识和样品情况，设计测定未知植物样品中痕量汞的方法。
- (2) 通过方法的具体实施和分析条件优化过程，培养学生的实验操作技能，包括样品前处理技能和仪器操作及条件优化技能。
- (3) 通过实验熟悉样品预处理、原子吸收分光光度计使用方法，对汞元素的测定方法进行创新设计。

## 【实验原理】

汞是环境中重要的有毒元素，在自然界中，汞由于其性质活泼易于蒸发而造成对环境、生物及食品的污染，植物中的汞主要来源于土壤。作物和果树喷施农药、种子杀菌剂处理和使用污水沉淀物等也是各种农作物汞的来源。汞的测定直接关系到人们的健康和食品安全。

微量汞的测定通常采用测汞仪或氢化物发生 – 原子吸收光谱法测定。传统的间断氢化物发生法存在分析速度慢、样品耗量大，在进样速度和进样体积上容易带来误差等缺点，并且操作繁琐。采用流动注射还原气化 – 冷原子吸收法测汞，操作简便、快速，灵敏度、精密度及自动化程度高。目前该方法应用于植物样品中汞的测定还较少见。

分析方法的实施通常要经历以下几个步骤：样品预处理、仪器测定参数与方法的优化及样品的测定。实验过程中载气流量大小、载液、还原剂浓度的确定是实验成功的关键因素。

本实验的主要内容是设计利用流动注射还原气化 – 冷原子吸收法测定未知植物样品中的汞元素，建立一种高效、简便的汞分析测试方法。

## 【仪器试剂】

### 1. 仪 器

岛津 AA – 680 型原子吸收分光光度计，PR – 5 型数据处理图示打印机，国产 WHG – 102A2 型流动注射氢化物发生器，汞空心阴极灯，植物样品粉碎机，分析天平，玻璃器皿等。

### 2. 试 剂

汞标准贮备溶液，5% 硝酸 – 0.05% 重铬酸钾溶液，0.5% 硼氢化钾溶液，盐酸(AR)、

硝酸(AR)、硫酸(AR)、氢氧化钠(AR)和五氧化二钒(AR)，超纯水。

### 【实验步骤】

基于文献基础，先提出实验步骤，与教师讨论后再确定相应实验步骤。实验步骤按以下内容设计：

(1) 实验方法的建立。

① 仪器参数的设置；

② 反应最佳条件的探索与确定。

(2) 样品的测定。

① 标准曲线的建立；

② 样品测定；

③ 数据处理。

### 【注意事项】

(1) 载气流量太小，不能迅速将汞蒸气带入石英吸收管中，导致吸收值低，出峰时间延长。如果载气流量过大，产生的汞蒸气被稀释过多，同时使基态汞原子在石英吸收管中停留时间过短，也使吸光值下降。

(2) 在确定反应最佳酸度时，必须考虑硼氢化钾的浓度及用量。

(3) 植物样品中存在大量的 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 等金属离子，硼氢化钾的用量不足，汞还原不完全，吸收值低，且不稳定。用量过大则产生氢气，稀释汞原子蒸气，灵敏度也会下降。

### 【数据处理】

(1) 记录实验条件和相关参数。

(2) 绘制标准曲线。

(3) 测定样品并计算含量。

### 【分析讨论】

(1) 样品前处理需要注意哪些方面？

(2) 用冷原子吸收法测定汞是将哪一种形态的汞还原为金属汞？

(3) 如何提高流动注射冷原子吸收测定汞的准确度？

### 【思考题】

(1) 流动注射 - 冷原子吸收法有哪些优点？

(2) 冷原子吸收法测汞时，与通常的 AAS 法有何不同？

### 参考文献

[1] 梁立娜, 胡敬田, 江桂斌, 史建波. 悬浮液进样流动注射在线微波消解 - 冷蒸气原子荧光光谱法测定生物和环境样品中的汞[J]. 分析化学, 2005, 33(2): 229 - 232.

- [2] 索有瑞, 李天才. 氢化物原子荧光法测定药用动物角中的微量砷和汞[J]. 光谱学与光谱分析, 2002, 22(5): 850 – 852.
- [3] 石玮玮, 潘五二, 苏庆德. 冷蒸气发生原子吸收法测定烟草中镉和汞[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25(7): 1135 – 1138.
- [4] 翁棣. 微波消化冷原子荧光法测定鲨鱼肝脏中的汞[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25(12): 2073 – 2075.
- [5] 李涛, 王元忠. 流动注射 - 冷原子吸收法测定黄褐牛肝菌中的痕量汞[J]. 光谱学与光谱分析, 2008, 28(4): 943 – 945.

# 实验 4 火焰原子吸收光谱法(FAAS)定量测定植物样品中的重金属含量

## 【实验目的】

- (1) 通过查阅相关文献，了解火焰原子吸收光谱法在测定植物样品重金属元素分析中的应用，结合相关理论知识和样品情况分析，设计未知样品中 2~3 种重金属的定量测定方法(包括样品前处理方法)，有利于学生创新思维的培养。
- (2) 通过方法的具体实施和分析条件优化过程，培养学生的实验操作技能，包括样品前处理技能和仪器操作及条件优化技能。
- (3) 通过实验，熟悉取样、样品预处理、分析方法的选择和分析过程的实施、分析结果的计算及统计处理等一般分析方法的全流程，具有较强的综合性。

## 【实验原理】

原子吸收分光光度法是检测重金属的一种通用方法，被广泛应用于环境中水、土壤、植物样品及药物中的重金属测定。分析方法的实施通常要经历以下几个步骤：取样、样品预处理、分析方法的选择和分析过程的实施、分析结果的计算及统计处理。对于植物样品，其预处理过程关系到分析结果的好坏。植物样品中含各种杂质，这些杂质的存在会严重干扰 FAAS 测定，如何除去这些干扰物质，同时又避免被测离子的损失是本实验成败的关键点之一。

检测金属元素常用的方法有分光光度法、原子吸收法、原子荧光法、电感耦合等离子体 - 原子发射光谱法( ICP - AES )、EDTA 滴定法等，其中原子吸收光谱法(AAS) 具有选择性高、灵敏度高、取样量少、简便快速等特点，被广泛用于定量测定植物样品中钙、铁、锰、铅、铬、砷、铜、钴、镍、锌等元素含量。

本实验的主要内容是设计某植物样品中两种重金属含量的 FAAS 定量测定方法，通过对分析方法的实施和分析条件的优化，实现植物样品中 2~3 种重金属含量的测定。

## 【仪器试剂】

### 1. 仪 器

SOLAAR - AA 型原子吸收分光光度计(美国 Thermo 公司)，相关元素空心阴极灯、空气压缩机、分析天平、恒温水浴锅、干燥箱、坩埚、电子天平、马弗炉、玻璃器皿等。

### 2. 试 剂

硝酸、盐酸、高氯酸(分析纯)，硝酸与高氯酸混合液  $V_{(\text{HNO}_3)}:V_{(\text{HClO}_4)} = 4:1$ 、盐酸稀释液  $V_{(\text{HCl})}:V_{(\text{H}_2\text{O})} = 1:11$ 、相关元素标准溶液、二次蒸馏水；其他试剂均为分析纯。